

(54) IMPROVED GLAZED CERAMICS SUBSTRATE

- (11) 55-15931 (A) (43) 4.2.1980 (19) JP
 (21) Appl. No. 53-86551 (22) 15.7.1978
 (71) TOKYO DENKI KAGAKU KOGYO K.K. (72) AKIO KOYAMA(1)
 (51) Int. Cl. C03C3/30, C04B41/06, H01C7/00, C03C3/04

PURPOSE: To provide the title substrate with no curvature, superior smoothness, heat resistance, electrical characteristics, etc. for electronic parts by covering a glass film of a MgO-added SiO_2 - Al_2O_3 - CaO -alkali metal oxide compsn. on an insulating ceramics substrate.

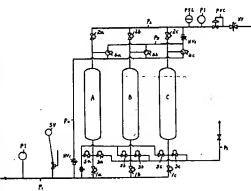
CONSTITUTION: A glass film of a 1~4% MgO-added compsn. consisting of, by wt., SiO_2 70~85%, Al_2O_3 7~17%, CaO 0.5~5% and one or more kinds of alkali metal oxides 5~15% is formed on an insulating ceramics substrate. The MgO contained acts to suitably regulate surface tension relative to smoothening of the glazed surface. The glass film of this invention withstands heat of temps. as high as 950~1050°C, and the acid resistance is 20~50% higher than that of a conventional film with respect to solubility in a mixed soln. of hydrofluoric acid/nitric acid = 1/1.

(54) HYDROGEN GAS PURIFYING METHOD

- (11) 55-15937 (A) (43) 4.2.1980 (19) JP
 (21) Appl. No. 53-86747 (22) 18.7.1978
 (71) MARUTANI KAKOUI K.K. (72) TAKUROU USHIDA
 (51) Int. Cl. C01B3/56, B01D53/04

PURPOSE: To obtain high purity hydrogen gas by purifying hydrogen gas containing impurity gas by a pressure swing adsorption method comprising specified five processes.

CONSTITUTION: Three adsorption towers A, B, C, packed with an adsorbent such as zeolite or activated carbon are placed side by side as one unit. Valves 3a, 4a, 5a are closed, and raw gas consisting of hydrogen gas and one or more kinds of impurity gases is fed into tower A through pipe P_1 and valve 1a to allow the impurity gases to be adsorbed. The purified hydrogen gas is recovered as product gas through valve 2a and pipe P_2 , and part of the gas is used to finish-purge tower B. Next valve 3a alone is opened to evacuate tower A and most of the impurity gases are exhausted through pipe P_3 . By opening valves 3a, 4a pipe P_1 and the outlet side of tower A are communicated to let raw gas flow into tower A countercurrently to purge the residual impurity gases in tower A. Valve 4a is then opened to communicate pipe P_1 and the outlet side of tower A, thereby countercurrently introducing product gas from pipe P_2 through pipe P_3 and valve 4a to perform finish purge. Raw gas is introduced into tower A through pipe P_1 and valve 5a and pressurized. The above processes are carried out in towers A, B, C in order.

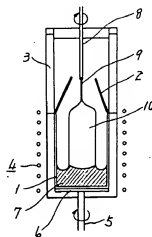


(54) PRODUCTION OF OXIDE PIEZOELECTRIC BODY SINGLE CRYSTAL

- (11) 55-15938 (A) (43) 4.2.1980 (19) JP
 (21) Appl. No. 53-86758 (22) 18.7.1978
 (71) TOKYO SHIBAURA DENKI K.K. (72) SATAO YASHIRO(1)
 (51) Int. Cl. C30B19/00, C30B29/30, H01L41/18

PURPOSE: To produce a long-sized oxide piezoelectric body single crystal by growing an oxide piezoelectric body single crystal while rotating a crucible at a specified no. of rotations in a fixed direction to prevent crystallization in the crucible.

CONSTITUTION: Melt 7 is housed in 20~40 wt% Rh-contg. platinum or molybdenum crucible 1 set in refractory container 3 provided with upper after heater 2 and outer high frequency heating coils 4. Crucible 1 is rotated at a speed of 5~15 rpm in a fixed direction with rotary shaft 5 fixed onto stand 6, and at the same time, seed crystal 9 attached to rotary shaft 8 is lowered, contacted to the surface of melt 7, and pulled in the X-axis direction to grow single crystal 10.



⑪特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—15938

⁵⁰Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

④公開 昭和55年(1980)2月4日

C 30 B 19/00

6703—4G

発明の数 1

29/30

101

7131-5 F

先列明數 審查請求	未請求
1. 一種... 2. 一種... 3. 一種...	

H 01 L 41/18

(全 3 冊)

④酸化物圧電体単結晶の製造方法

⑫發明者 福田承生

川崎市幸区小向東芝町1東京芝

浦電気株式会社総合研究所内

⑦出願人

東京芝浦電気株式会社

川崎市幸区堀川町72番地

④代理人

弁理士 則近憲佑 外1名

②特 願 昭53-86758

②出 願 昭53(1978)7月18日

⑦発明者 八代佐多夫

川崎市幸区小向東芝町1 東京芝浦電気株式会社総合研究所内

● ● ●

1. 陽極の名称 酸化物圧電性単結晶の製造方法
2. 特許請求の範囲
- (1) アルゴを内筒部から単結晶を成長させるに際し、アルゴを毎分乃至15回転の速度で一定方向に回転した状態で単結晶を成長することを特許とする酸化物圧電性単結晶の製造方法。
- (2) 単結晶の成長は1.170g単結晶を引上げるものである特許請求の範囲第1項記載の酸化物圧電性単結晶の製造方法。
- (3) アルゴはローズマニを2乃至4.0重量%含む白金アルゴ又はモリブデンアルゴである特許請求の範囲第1項記載の酸化物圧電性単結晶の製造方法。
- (4) 単結晶の成長は1.170g単結晶をX軸引上げるものである特許請求の範囲第1項記載の酸化物圧電性単結晶の製造方法。
- (5) 結晶の成長はLiNbO₃単結晶を引上げたものである特許請求の範囲第1項記載の酸化物圧電性単結晶の製造方法。

3. 発明の評価を説明

この発明は酸化物圧電体単結晶の製造方法に関するものである。

従来、融点の高い酸化物圧電体単結晶の製造方法は引上速度、結晶輪回転等を調整してCZ法で製造するのが一般的である。

以下に述べたように、 Li_2O 、 Na_2O 、 K_2O の製造を行う場合、
 アフターヒーター等である炉内温度の急激な変化の均
 化を行なう必要がある。特に Li_2O の融点(引上げ)に
 2000℃前後の引上げとは異なり、炉内温度勾配を著し
 く(ゆるく)しないと成長した単結晶が割れてしま
 い良質結晶が出来ない。このような条件下であるつ
 りに、炉温を下げながら結晶を引上げ動作すると、も
 のつづの底から結晶が晶出し、つづの表面へ、引上げ作
 動とつづがつかつて結晶を長く引上げられぬのが、
 従来の欠点であった。更に、反応条件ではあるが、
 炉温が大きくなるとつづ腐食速度化と融液温度変化
 が大巾な増減が生じ、微子すけ及び結晶強制制御
 が困難であった。

この発明の目的は、つば内の温度分を結晶作

成時あるつぼ径から結晶が晶出しないうちを温度分布に安定させて溶融液から酸化物正電体結晶を育成させ長尺の結晶を得る酸化物正電体単結晶の製造方法を提供するものである。

即ちルツボを毎分5乃至15回転の定速度で一定方向に回転し大気中で酸化物正電体単結晶を成長させることにより、ルツボの温度と溶融液温度との差を少なくし、結晶晶出をしない温度分布とした酸化物正電体単結晶の製法を得るものである。

換言すれば単結晶製造装置にるつぼ回転機構を取り付け、単結晶育成中はるつぼ回転を用いて、るつぼ内の温度分布を常に一定にさせるつぼ内の結晶、晶出を防ぎ、るつぼ温度とるつぼ内融液温度との差を少なくし、種子づけ及び結晶後制御を容易にするためるつぼ回転を5〜15回転(毎分)することを特徴とする LiTiO_3 酸化物正電体単結晶の製造方法を得るものである。るつぼの回転数は4回転以下にするとるつぼ径から結晶が晶出することがあり、本発明の効果は著しく減じた。次に15回転以上にしたとるつぼ径が狭くなり、作成時晶

管成長等の欠陥を生じ、良質結晶の出来る割合は減じた。

次に本発明方法を LiTiO_3 の引上げに適用した実施例を図面を参照して説明する。

ルツボの例えば大きき $120\text{mm} \times \phi$ 高さ 120mm のロジュームを20乃至40%含む白金ルツボ(1)の上方にアフターヒーター部を覆う上記ルツボ(1)の外側にさらに耐火物容器(3)を設け、さらに外側には高周波加熱コイル(4)が設けられている。

さらに前記ルツボ(1)は5乃至15回転/分の定速度で一定方向に回転する如くモータ(図示せず)等からの回転軸(6)に固定された駆動部(5)上に設けられている。

前記ルツボ(1)内には LiTiO_3 の導融液は LiCu と Ti_2O_3 の混合溶融液(7)が収容され、この溶融液(7)の液表面に回転軸(6)に取着された種結晶(8)を上下動させ、単結晶(9)を成長可能によう育成する。即ち、 LiTiO_3 単結晶のX軸方向に引上げる場合、ルツボ(1)を例えば8回転/分の定速度で一定方向に回転させている状態で、この回転方向と同一方向

に例えば13/分rpmの速度で回転している。種結晶(8)を下降して、液表面に接触させ、X軸方向に大きき例えば $62\text{mm} \times \phi$ の LiTiO_3 単結晶を引上げた。この時の引上げ速度は例えば $3\text{mm}/\text{H}$

この単結晶の引上げ工程中ルツボ(1)を8回転/分の定速度で回転させているので、ルツボの温度と溶融液温度が少なく、且つルツボ(1)の底からの結晶の晶出がほとんど認められない程度になり、長尺例えば 120mm の LiTiO_3 単結晶を引上げることができた。

この結果溶融液の約7割にあたる量を単結晶にできることができた。

るつぼ回転を行わずに上記と全く同じ条件の従来の単結晶の引上げを行なったところ約4割にあたる90mmの単結晶を成長させた時あるつぼの底面から晶出してきた結晶とぶつかり長尺単結晶を得ることが出来なかつた。

従来の比較して本発明方法の改善が明らかになっている。

その作用効果は次の通りである。

- ① 引上げ工程中結晶、晶出の発生が低減したので、るつぼ内の溶融物の大部分(約70%以上)が単結晶になり、従来の方法に比べて重量として約1.5倍以上長く引上げられる様になった。
- ② 単結晶化に際し、温度分布が非常に安定したので、種付け及び引上げにかいては良好なる再現性を得た。従来の比べて種付け時間が、約半分に減った。
- ③ 従来の方法では結晶後の制御で屑口のとこで $62\phi \times 65\phi$ (62ϕ 制御のとき)に丸めりが出ることがあつたがなくなつた。

4. 図面の簡単な説明

図は本発明方法の実施例を説明するための加熱炉構成面である。

- (1)・・・引上げ回転軸 (4)・・・高周波コイル
(2)・・・種結晶 (5)・・・白金るつぼ
(3)・・・アフターヒーター

特許

特許第15838(2)

(7) ... LiTaO_3 融液物

(8) ... 単結晶 (5) ... 水平回転軸

(9) ... 耐火物容器 (6) ... 載置台

代理人 井堀士 剛 近 藤 佑

外1名

